

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **2001264230 A**

(43) Date of publication of application: **26.09.01**

(51) Int. Cl

G01N 13/16

G01N 13/12

G12B 21/02

(21) Application number: **2000077947**

(22) Date of filing: **21.03.00**

(71) Applicant: **NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT>**

(72) Inventor: **MATSUOKA TAKASHI**

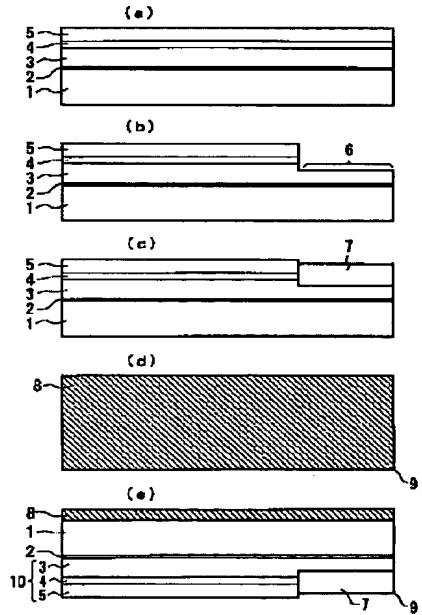
(54) PROBE USED IN ATOMIC FORCE MICROSCOPE AND TUNNEL MICROSCOPE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a probe in which problems of low productivity, difficulty in production of the fine probe having the head in the atomic order, liableness to plastic deformation, incapability of cleaning of pollution on the head, application of a high voltage in STM or SP-STM, low taking-out efficiency of spin polarized electrons in the SP-STM are solved.

SOLUTION: Material of the probe and its crystallinity has a structure including at least a part of a zinc blende type $In_{1-X}Y_{X}Ga_{1-Y}In_YN$ (where, $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) crystal.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO



(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-264230

(P 2 0 0 1 - 2 6 4 2 3 0 A)

(43) 公開日 平成13年9月26日 (2001. 9. 26)

(51) Int. Cl.

G01N 13/16
13/12
G12B 21/02

識別記号

F I
G01N 13/16
13/12
G12B 1/00

C
D
601
A

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全6頁)

(21) 出願番号 特願2000-77947 (P 2000-77947)

(22) 出願日 平成12年3月21日 (2000. 3. 21)

(71) 出願人 000004226

日本電信電話株式会社

東京都千代田区大手町二丁目3番1号

(72) 発明者 松岡 隆志

東京都千代田区大手町二丁目3番1号 日本電信電話株式会社内

(74) 代理人 100081259

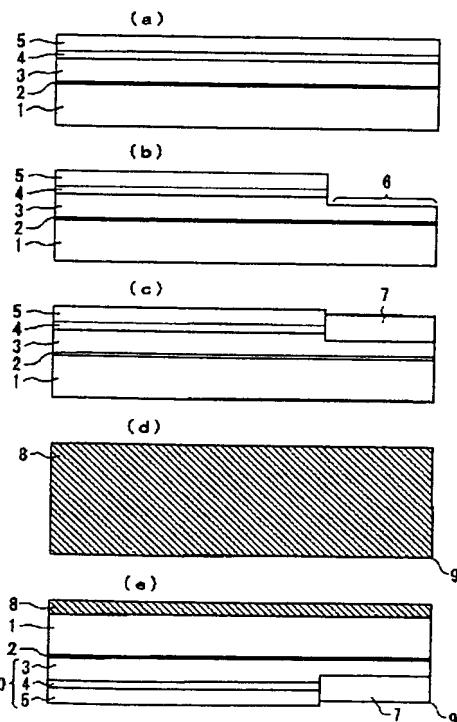
弁理士 高山 道夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡に用いる探針

(57) 【要約】

【課題】 量産性が低い、先端が原子オーダーの微細な探針作製の困難性、塑性変形しやすい、先端の汚染の清浄化不可能、STMやSP-STMにおける高電圧の印加、および、SP-STMにおけるスピニ偏極電子の取り出し効率が低いという点を解決した探針を提供する。

【解決手段】 探針の材料およびその結晶性が閃亜鉛鉱型 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X + Y \leq 1$) 結晶を少なくとも一部含む構造とした。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 閃亜鉛鉱型 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶を少なくとも一部含むことを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項2】 請求項1記載の探針において、閃亜鉛鉱型 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶は基板に積層されて積層構造体をなし、該積層構造体の一先端が該閃亜鉛鉱型 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶を含む尖塔部を有していることを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項3】 請求項1記載の探針において、尖塔部は、該積層構造体の劈開面を構成面に有することを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡に用いる探針。

【請求項4】 請求項1記載の探針において、閃亜鉛鉱型 $In_{1-x-y}Ga_xAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶は多結晶であることを特徴とする原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡に用いる探針。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡などに用いると好適な探針に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、原子間力顕微鏡(AMF)および査定型トンネル顕微鏡用(STM)のカンチレバーの先端には、Si, W, Pt, Pt-Ir合金等の材料が用いられてきた。原子間力顕微鏡では、絶縁物である窒化シリコンや、酸化シリコンが使われる場合もある。探針の作製に当たっては、これらの材料を棒状に切り出し、その棒状の中間部を電解液中に浸漬し、電解エッチングする。ときには、その後、本部品を、イオンミリングを行い、その先端の微細化を図っていた。

【0003】上記各材料のうち、W, Pt, Pt-Irについては、そのワイヤを上記の技術で加工していた。しかし、これらの材料のものはイオンミリングを行っても、先端部を原子オーダーの寸法の形状にすることはできない。この技術では、大量生産が困難であり、探針の価格が高かった。

【0004】また、Siについては、水酸化カリウム溶液などのエッチング速度に面内依存性があることを利用して、異方性エッチングを行っていた。この方法では、大量生産が可能である。しかし、先端部を原子オーダーの寸法の形状にすることはできない。また、この探針は、軸方向の断面が円ではないため、原子間力顕微鏡やトンネル顕微鏡での観察像に、探針の形状の効果が入ってしまう不具合があった。また、このようにして形成したSi探針の軸方向の長さと基部の幅とのアスペクト比は小さい。そのため、微細な凹凸を有する試料の測定

時には、探針を試料の深部に充分近づけることができなかった。

【0005】また、上述した材料で作製した探針を、試料に接触させるとその探針の先端が塑性変形したり、汚染されたりする。塑性変形の理由は、材料が柔らかいためである。また、一度、汚染された探針を清浄化することはできない。

【0006】すなわち、装置から一度取り外してクリーニングする必要がある。さらに、熱クリーニングを用いると、先端の形状が鈍ってしまった。一般に、熱クリーニング以外では、探針の先端をクリーニングすることはできない。そのため、通常、汚染された探針は、使い捨てであった。

【0007】このことは、特に、原子間力顕微鏡において大きな欠点である。なぜなら、原子間力顕微鏡では、コンタクトモード、すなわち、探針と試料とを接触させて測定するモードでの測定が行われるからである。

【0008】また、走査型トンネル顕微鏡(STM)においては、解像度の高い像を得るために、探針からの電子の取り出し効率が高い方が望まれる。そのためには、探針先端を構成する材料の仕事関数が小さいことが必須である。そのため、従来、探針として金属が用いられていた。

【0009】しかしながら、金属を探針に用いると、前述したような塑性変形を生じたり、汚染された先端のクリーニングができないという問題があった。

【0010】また、探針としてGaAsなどの従来からある半導体を用いた場合には、その仕事関数が大きいため、試料と探針との間に大きな引き出し電圧をかける必要があった。そのため、探針の先端以外と試料間でトンネル電流が流れることがあり、正しい像が得られなかつた。そこで、引き出し電圧を下げるためには、試料と探針との間の距離を近づける必要があった。ところが、微細な表面構造を有する試料では、探針を近づけることができない。そのため、像がぼけてしまった。

【0011】また、電子スピンと試料との相互作用を用いたスピン偏極トンネル顕微鏡(SP-STM)においては、スピン偏極した電子を探針から取り出すことが必要である。スピン偏極した電子を探針から取り出すために

40 は、金属からなる探針を用いることができない。金属から放出される電子は、通常、ランダムなスピンを持つからである。

【0012】そこで、探針材料を半導体とし、円偏光の光ビームを探針に当て、スピン偏極した電子を取り出す試みがある。そこでは、探針材料としてGaAsを用いている。この場合、GaAsの仕事関数が大きいことが、スピン偏極した電子の取り出し効率を低下させていた。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記のこと

鑑み提案されたもので、その目的とするところは、量産性が低い、先端が原子オーダーの微細な探針作製の困難性、塑性変形しやすい、先端の汚染の清浄化不可能、STMやSP-STMにおける高電圧の印加、および、SP-STMにおけるスピニ偏極電子の取り出し効率が低いという点を解決し、高解像度の像が得られ、かつ探針先端の清浄化が可能な原子間力顕微鏡、トンネル顕微鏡に用いる探針を提供することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】この発明は閃亜鉛鉱型 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶を少なくとも一部含む構造とし、上記目的を達成している。

【0015】また、閃亜鉛鉱型 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶は基板に積層されて積層構造体をなし、該積層構造体の一先端が該閃亜鉛鉱型 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶を含む尖塔部を有している。

【0016】また、該尖塔部は、該積層構造体の劈開面を構成面に有している。

【0017】さらに、閃亜鉛鉱型 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶は多結晶であることを特徴としている。

【0018】

【発明の実施の形態】本発明では、探針の材料およびその結晶性が上記した従来の技術とは異なる。すなわち、本発明の探針は、 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶を少なくとも一部含む構造からなっている。この材料を大面積基板上に結晶成長し、その後、基板から切り出すことによって探針を作製できるため、探針を量産できる。また、基板結晶として $GaAs$ や Si 等のハンドリングのしやすい材料上に閃亜鉛鉱型 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶を成長できるため、成長後基板から切り出して探針を製作することが容易となる。また、この $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶は大きな硬度を有する。そのため、試料との接触時においても、その先端が塑性変形することはない。また、 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶は高融点材料もある。そのため、例え探針の先端が汚染されても、先端の形状を保ちながら熱クリーニングすることができる。また、この材料の仕事関数が小さいため、試料と探針間の電圧が小さくても、探針から電子を引き出すことができる。また、この閃亜鉛鉱型 $I_{n_1-x-y}GaxAl_yN$ (但し $0 \leq X, Y, X+Y \leq 1$) 結晶のスピニ状態は、分子軌道法による理論計算から、自然偏極していることを見出している。従って、円偏光を本材料に照射することにより、本材料から効率良くスピニ偏極した電子を、取り出すことができる。

【0019】以下、図を参照しつつ本発明の各実施例について説明する。なお、実施例は一つの例示であって、本発明の精神を逸脱しない範囲で、種々の変更あるいは改良を行い得ることは言うまでもない。

【0020】

【実施例1】図1(a)～(e)は本発明の第1実施例を説明する図であって、本発明の探針チップの結晶成長の工程を示す断面図である。本実施例では、スピニ偏極走査型トンネル顕微鏡用探針 (SP-STM) について述べる。

【0021】単結晶の基板1として厚さ $330\mu m$ の(001)面を有するn型 $GaAs$ を用いた。このn型 $GaAs$ 基板1上に結晶成長させるとき、基板1の保護と平坦な成長を実現するために、低温で GaN バッファ層2を基板1の表面に形成した。このバッファ層2は、微結晶粒を含む非晶質である。成長後、昇温し、固相成長を行い、バッファ層2の単結晶化を図った。

【0022】次に、 Si ドープn型 $Al_xGa_{1-x}N$ 層3、アンドープ $Al_yGa_{1-y}N$ 層4、アンドープ $Al_xGa_{1-x}N$ 層5を順次エピタキシャル成長して積層し、図1(a)に示す構造を作製した。ここで、 $Y > X \neq 0$ である。

【0023】次に、図1(b)に示すエピタキシャル成長させた部分の領域6を反応性イオンエッティング装置を用いてエッティングし、除去し、 Si ドープn型 $Al_xGa_{1-x}N$ 層3の一部を露出させた。

【0024】この領域6の部分に選択成長膜として、 SiO_2 を形成し、 Si ドープn型 GaN 層7をエピタキシャル成長し、図1(c)に示す積層構造体を作製した。

【0025】次に $GaAs$ 基板1の裏面（結晶成長されていない面）にn型 $GaAs$ 用金属電極8を形成した。この後、ウェハから探針を劈開によって切り出した。この結果出来上がる探針チップの構造の裏面側から見た平面図を図1(d)に示す。また、その断面図を図1(e)に示す。劈開で探針の切り出しを行っているため、探針チップの一先端の端部9を尖塔部とし、鋭利な形状とすることができます。なお、図1(e)において符号10は光入射部の領域を示す。

【0026】以上の工程で、探針チップは完成する。この探針チップをSP-STMの感知レバーに組み込む。このとき、探針チップの端部9が、試料に最も近くなるように配置する。

【0027】領域10に波長 $325 nm$ の光を入射させると、 Si ドープn型 $Al_xGa_{1-x}N$ 層3、アンドープ $Al_yGa_{1-y}N$ 層4およびアンドープ $Al_xGa_{1-x}N$ 層5によってスラブ導波路が形成されているため、光は、 Si ドープn型 GaN 層7まで導波される。このとき、 Si ドープn型 $Al_xGa_{1-x}N$ 層3、アンドープ $Al_yGa_{1-y}N$ 層4およびアンドープ

$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層5のハンドギャップエネルギーを入射する光のエネルギーより大きくしておく必要がある。また、各層の厚さも、入射した光が導波する厚さにしておく必要がある。特にSiドープn型 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層3については、光が基板に漏れない厚さにしなければならない。基板1に光が漏れて、基板1に吸収されることを防ぐためである。

【0028】導波されてきた光は、Siドープn型 GaN 層7で吸収され、電子が励起される。この電子のスピンは、入射した光の偏波に依存して、アップかダウンのどちらか一方が選択される。

【0029】探針チップの電極8を負の電位に、観察される試料側を正の電位とすれば、スピノ偏極した電子が探針チップから放出され、試料に到達することになる。閃亜鉛鉱型 GaN は元々自発偏極しているので、その偏極率は非常に高い。その結果得られた像が、SP-STIM像となる。

【0030】

【実施例2】本実施例では、上述の実施例1より簡単な構造の探針チップの例を示す。図2(a)は探針チップの構造の平面図、(b)は断面図を示す。

【0031】この実施例においては、単結晶の基板11として厚さ $330\mu\text{m}$ の(001)面を有するn型 GaAs を用いた。n型 GaAs 基板11上に成長するとき、基板11の保護と平坦な成長を実現するために、低温で GaN バッファ層12を基板11の表面に形成した。このバッファ層12は、微結晶粒を含む非晶質である。成長後、昇温し、固相成長を行い、バッファ層12の単結晶化を図った。

【0032】次に、Siドープn型 GaN 層13をエピタキシャル成長した。

【0033】次に、 GaAs 基板11全面に金属電極14を形成した。フォトリソグラフィ技術を用いて、図2の右側に示すように、形成した金属電極14の一部を剥離した。

【0034】図2(a), (b)に示す領域15の GaAs 基板を反応性イオンエッティング装置を用いて、エッティングして除去した。この後、ウェハから探針を劈開によって切り出す。

【0035】以上の工程で、探針チップは完成する。この探針チップをSP-STIMの感知レバーに組み込む。このとき、探針チップの尖塔形状の端部16が、試料に最も近くなるように配置する。

【0036】領域15に波長 325nm の光を入射させると、光はSiドープn型 GaN 層13で吸収され、電子が励起される。この電子のスピンは、入射した光の偏波に依存して、アップかダウンのどちらか一方が選択される。

【0037】探針チップの電極14を負の電位に、観察される試料側を正の電位とすれば、スピノ偏極した電子

が探針チップから放出され、試料に到達することになる。閃亜鉛鉱型 GaN は元々自発偏極しているので、その偏極率は非常に高い。その結果得られた像が、PS-STIM像となる。

【0038】

【実施例3】本実施例では、AFM用探針について述べる。図3(a)は探針チップの構造の平面図、(b)は断面図を示す。

【0039】この実施例においても、実施例2と同様に、単結晶の GaAs 基板17上に GaN バッファ層18の低温成長とアニール、その上に GaN 層19をエピタキシャル成長した。この後、ウェハから探針を劈開によって切り出す。

【0040】以上の工程で、探針チップは完成する。この探針チップをAFMの感知レバーに組み込む。このとき、探針チップの端部20が、試料に最も近くなるように配置する。

【0041】以上述べた実施例1～3において、探針端部の材料を GaN としたが、本発明の概念を覆さない範囲で、 $\text{In}_{x_1}\text{Ga}_{x_2}\text{Al}_{1-x_1-x_2}\text{N}$ ($0 \leq x_1, x_2, x_1+x_2 \leq 1$)の中での他の組成でも良い。このことは、導波路構造における各層の組成についても同様である。

【0042】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の探針を用いて、原子間力顕微鏡(AFM)、トンネル顕微鏡(STM)やスピノ偏極トンネル顕微鏡(SP-STIM)に用いると、高解像度の像を得ることができる。また、例え探針の先端が汚染されても、清浄化が可能である。以上の利点から、上記顕微鏡の特性を飛躍的に向上でき、かつ、ランニング・コストを従来より低くできることから、上記顕微鏡の用途がさらに広まり、学問的にも、産業上も大きな効果をもたらす。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施例であって、(a)～(e)はこの第1実施例の探針チップ構造を作製する工程の説明図を示す。

【図2】本発明の第2実施例であって、(a)はこの第2実施例の探針チップの平面図、(b)は断面説明図を示す。

【図3】本発明の第3実施例であって、(a)はこの第3実施例の探針チップの平面図、(b)は断面説明図を示す。

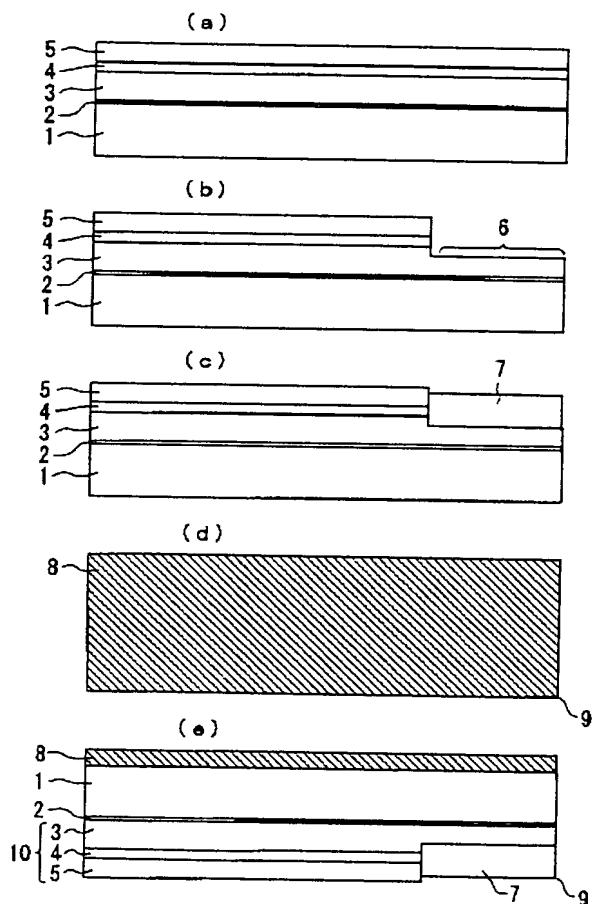
【符号の説明】

- 1 n型 GaAs 単結晶基板
- 2 GaN バッファ層
- 3 Siドープn型 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層
- 4 アンドープ $\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}$ 層
- 5 アンドープ $\text{Al}_z\text{Ga}_{1-z}\text{N}$ 層
- 6 エッティング除去領域

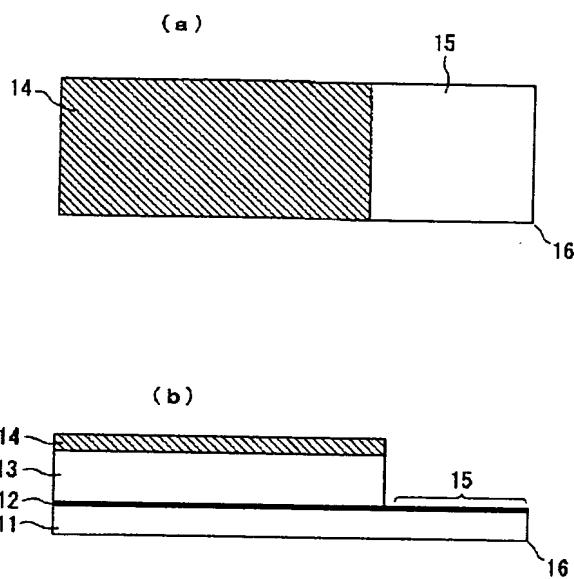
7 Si ドープn型GaN層
 8 n型GaN用金属電極
 9 探針チップの端部
 10 光入射部
 11 n型GaN単結晶基板
 12 GaNバッファ層
 13 Si ドープn型GaN層

14 n型GaN用金属電極
 15 エッチング除去領域
 16 探針チップの端部
 17 GaN単結晶基板
 18 GaNバッファ層
 19 GaN層
 20 探針チップの端部

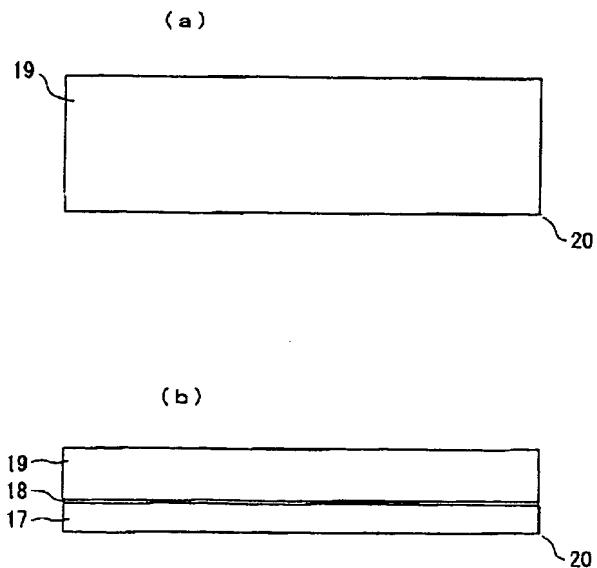
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き